



Instituto Politécnico de Tomar

Escola Superior Tecnológica de Tomar

Luis Manuel Henriques Francisco

Determinação da área interfacial em reatores de coluna de bolhas

Relatório de Estágio

Orientador:
Doutor Henrique Pinho

Orientador:
Doutor Sebastião Alves (Instituto Superior Técnico – U. Lisboa)

Relatório de Estágio apresentado ao Instituto Politécnico de Tomar para
cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em
Tecnologia Química

Quando as minhas asas têm mais força que as minhas correntes...
O sonho transforma-se em realidade, o impossível torna-se alcançável.
Quando os meus olhos despertam a minha sabedoria faz-me avançar.
E assim esmago as minhas mágoas, como também não me canso de
incinerar as minhas ilusões.
Mas apesar de partidas essas minhas correntes acabam por voar comigo.
Quando as asas têm mais força que as correntes!

Luis M.H. Francisco

Resumo

No âmbito do Trabalho Final de Mestrado, do curso de Mestrado em Tecnologia Química do Instituto Politécnico de Tomar, desenvolveu-se um estágio no Laboratório de Misturas do Instituto Superior Técnico, da Universidade de Lisboa.

O estágio consistiu na determinação do diâmetro médio de bolhas, pelo método fotográfico, do *holdup* da fase gasosa, por medição da elevação da altura da fase líquida, e da área interfacial, por combinação do diâmetro médio e do *holdup*, em colunas de bolhas.

O estudo foi efetuado em duas colunas de diferentes diâmetros, de 64 e 94 mm, tendo-se realizado ensaios com diferentes caudais de arejamento, entre 1,04 e 8,33 L/min, com água e com soluções de sulfato de sódio (até 0,3 M) e de Triton X-100 (0,001 M).

Observou-se que tanto o diâmetro médio das bolhas, como o *holdup*, e também a área interfacial, são significativamente afetados pelo caudal de arejamento, e pela presença do sal. Por outro lado, e contra o esperado, a adição do surfactante não afetou os resultados de forma significativa.

Verificou-se que nem o diâmetro da coluna, nem a altura da coluna a que se determina o diâmetro médio das bolhas não afeta os resultados de forma significativa.

ABSTRAT

An internship was carried out at the Mixing Laboratory of Instituto Superior Técnico, at University of Lisbon, under the Master's Final Work of the Master's Degree in Chemical Technology, at Polytechnic Institute of Tomar.

The aim of the internship consisted in the determination of the bubble mean diameter (Sauter), by a photographic method, the gas phase holdup, by measuring the elevation of the liquid phase height, and the interfacial area, by combining the mean diameter and the holdup, in bubble columns.

The study was carried out in two columns of different diameters of 64 and 94 mm, with different aeration rates between 1.04 and 8.33 L/min, with water and sodium sulfate solutions (up to 0.3 M) and Triton X-100 (0.001 M).

It was observed that the mean diameter of the bubbles, the holdup, and also the interfacial area, are significantly affected by the aeration rate, and by the presence of the salt. On the other hand, and against expected, the addition of surfactant did not affect the results significantly.

It has been found that neither the column diameter, nor the column height at which the mean bubble diameter is determined, does not significantly affect the results.

AGRADECIMENTOS

Não posso deixar de agradecer a todos os que contribuíram para a realização deste trabalho, e cujo contributo foi essencial, dentro e fora do âmbito académico.

Aos meus orientadores, Prof. Doutor Henrique Pinho e Prof. Doutor Sebastião Alves, um agradecimento especial pela vossa disponibilidade, pelas valiosas sugestões, por todo o apoio e incentivo. Ao Instituto Superior Técnico e ao Instituto Politécnico de Tomar que juntos colaboraram na disponibilização dos meios indispensáveis à realização deste trabalho.

A todos os meus amigos e colegas de curso, pelo companheirismo, interesse demonstrado e apoio durante a elaboração deste trabalho, assim como pelos excelentes anos de convívio. Contudo devo realçar dois grandes amigos, Mestre Nuno Graça e Mestre Márcia Rodrigues: um agradecimento especial pelo vosso apoio e por toda a motivação para acabar este trabalho.

Por último, mas não menos importantes, à minha família, em especial aos meus pais e irmãs, pelo apoio incondicional e pelos valores de perseverança e determinação que sempre me transmitiram.

Índice

Resumo	v
ABSTRAT	vii
AGRADECIMENTOS	ix
Índice de Figuras	xiii
Índice de Tabelas	xv
Lista de Abreviaturas e Siglas	xvii
1. Introdução.....	1
1.1. Âmbito do Estágio.....	1
1.2. Objetivos	1
1.3. Transferência de Massa.....	1
1.4. Colunas de Bolhas.....	4
1.4.1. Características da Fase Gasosa.....	6
1.4.2. Características da Fase Líquida.....	7
1.5. Métodos de Medição de Bolhas	9
1.5.1. Método Ótico.....	9
1.5.2. Método Fotográfico.....	11
1.5.3. Método Acústico	12
2. Materiais e Métodos	13
2.1. Reagentes	13
2.2. Instalação Experimental	13
2.2.1. Tipos de Dispersor Utilizados	15
2.2.2. Cálculos Auxiliares	17
2.2.3. Outros Materiais Utilizados.....	17
2.3. Acerto das condições de fotografia	19
2.4. Condições de Estudo	19
3. Resultados	21

3.1.	Retas de Calibração Obtidas.....	21
3.1.	Crítérios de registo e tratamento das imagens	22
3.1.1.	Focagem	22
3.1.2.	Determinação do Número de Bolhas Medidas	23
3.1.3.	Reprodutibilidade dos resultados ao longo de uma semana	24
3.2.	Variação de zona e caudal	26
3.3.	Adição de Sal.....	26
3.4.	Adição de Triton X-100	29
3.5.	Diâmetro médios das bolhas na coluna de diâmetro 64 mm	29
3.6.	Efeito do tipo de dispersor.....	30
3.7.	<i>Holdup</i> medidos	31
3.8.	Resultados dos Cálculos da Área Interfacial	32
4.	Conclusão.....	35
5.	Referências Bibliográficas.....	37

Índice de Figuras

Figura 1 – Eixos do elipsoide projetado em duas dimensões (Adaptado de [6]).	3
Figura 2 - Esquema de uma coluna de bolhas simples (Adaptado de [8]).	4
Figura 3 – Tipos de distribuidor de fase gasosa comumente utilizados[9].	5
Figura 4- Regimes de escoamento mais comuns em colunas de bolhas (Adaptado de [1]).	7
Figura 5 – Esquema de método ótico usado para determinar a concentração e tamanho das partículas em suspensão líquida[23].	10
Figura 6 – Esquema de método fotográfico para determinação do tamanho de bolhas[25].	11
Figura 7 – Esquema simplificado de método acústico para determinação do tamanho de bolhas[27].	12
Figura 8 – Esquema da montagem experimental da coluna de bolhas.	14
Figura 9 –Foto da instalação experimental.	15
Figura 10– Dispensor de placa acrílica perfurada.	16
Figura 11 - Dispensor criado em funcionamento	16
Figura 12 – Foto de exemplo de observação de bolhas.	18
Figura 13– Recta de calibração obtida para coluna de 94mm	21
Figura 14 – Recta de calibração da coluna 64 mm	21
Figura 15 - Medição de Bolhas em fotos focadas numa escala colocada na coluna	22
Figura 16 - Medição de Bolhas em fotos focadas no centro da coluna	22
Figura 17-Medição de 1000 Bolhas	23
Figura 18-Resultados de d_{32} obtidos ao longo de cinco dias	24
Figura 19 – Variação do d_{32} em função do número de bolhas medidas	25
Figura 20– Histograma do Tamanho das Bolhas medidas	25
Figura 21- d_{32} em função do caudal nas diferentes zonas da coluna 94 mm.	26
Figura 22– d_{32} em função da Concentração de Sulfato de Sódio.	27
Figura 23- d_{32} em função do caudal nas diferentes zonas da coluna de 94 mm após a adição de sulfato de sódio.	28
Figura 24–Resultados do d_{32} (marcados a verde) após adição de Triton X-100, em comparação com os resultados da coluna com água (marcados a azul) e os resultados após a adição de sulfato de Sódio (marcados a vermelho).	29

Figura 25- Resultados do d_{32} obtidos na coluna de 64 mm nas duas zonas representadas em comparação com d_{32} obtido na coluna de 94 mm e zona A	30
Figura 26-Resultados do d_{32} obtidos para os diferentes dispersores na coluna 94 mm na zona A.	30
Figura 27- Comparação do holdup (E_g) obtidos com água (azul), com soluções de sulfato de sódio (laranja) e com soluções de Tripton X-100 (cinza).	31
Figura 28 –Comparação da área Interfacial obtida nas diferentes zonas da Coluna 94 mm	32
Figura 29 –Comparação da área Interfacial obtida nas diferentes zonas da Coluna 94 mm após a adição do sulfato de sódio	33
Figura 30–Comparação da área Interfacial obtida na zona A da Coluna 94 mm de fase líquida simples após a adição do sulfato de sódio ou Triton X-100	33
Figura 31 —Comparação da área Interfacial obtida para os diferentes dispersores	34
Figura 32 –Comparação da área Interfacial obtida para coluna de 64mm na zona A e A0	34

Índice de Tabelas

Tabela 1 – Propriedades do sulfato de sódio e do tensioativo utilizados como reagentes [30].	13
Tabela 2 – Correspondência entre o caudal e a velocidade superficial.	17
Tabela 3– Resultados de d_{32} com soluções de 0,3M de Sulfato de Sódio	28

Lista de Abreviaturas e Siglas

C94ZA	Coluna de 94 mm Zona A
C94ZASS	Coluna de 94 mm zona A, solução de Sulfato de Sódio
C94ZATX	Coluna de 94 mm zona A, solução de TriptonX-100
C94ZB	Coluna de 94 mm zona B
C94ZBSS	Coluna de 94 mm zona B, solução de Sulfato de Sódio
C94ZC	Coluna de 94 mm zona C
C94ZCSS	Coluna de 94 mm zona C, solução de Sulfato de Sódio
C94DA	Coluna de 94 mm com dispersor de placa acrílica
C94DI	Coluna de 94 mm com dispersor feito com materiais reutilizáveis
C64ZA	Coluna de 64 mm zona A
C64Z0	Coluna de 64 mm zona A0

1. Introdução

1.1. Âmbito do Estágio

O presente trabalho foi desenvolvido em contexto de estágio, sob a orientação do Doutor Henrique Pinho e do Doutor Sebastião Alves, e encontra-se integrado na unidade curricular de Trabalho Final de Mestrado, com vista à obtenção do grau de Mestre em Tecnologia Química, atribuído pela Escola Superior de Tecnologia de Tomar, pertencente ao Instituto Politécnico de Tomar. Este decorreu entre março e junho de 2017, nos laboratórios do Departamento de Engenharia Química do Instituto Superior Técnico, da Universidade de Lisboa.

1.2. Objetivos

O estágio realizado teve como objetivo avaliar o efeito de diversas variáveis operativas e das características do meio líquido sobre a distribuição de diâmetro de bolhas, o *holdup* e a área interfacial, num sistema gás-líquido (ar-água) em coluna de bolhas. Deste modo, foram realizados vários ensaios em colunas de diferentes diâmetros internos (64 e 96 mm), variando o caudal da fase gasosa e o tipo de dispersor utilizado. Para além disso, avaliou-se o efeito da adição de um sal (sulfato de sódio) a diferentes concentrações, e de um surfactante (Triton X-100) em quantidades vestigiais. Para todos os conjuntos de condições experimentais, a distribuição de diâmetro de bolhas em diferentes zonas da coluna foi caracterizada recorrendo ao método fotográfico, e ao *software* “Digimizer”.

1.3. Transferência de Massa

Um caso particular de fenómenos de transferência de massa dá-se quando uma substância se move do seio de uma fase para outra, através de uma interface, que não é mais que a fronteira entre essas fases. Este tipo de fenómeno não é só uma parte integral, mas também essencial, da Engenharia Química e dos Processos Industriais. Este é, por

exemplo, a base de muitos processos de separação e purificação usados na indústria, além de ser relevante para sistemas reacionais, com ou sem catalisador [1].

A transferência de massa pode ser feita por dois mecanismos distintos de transporte: por difusão molecular, que resultada existência de gradientes de concentração, ou por convecção, que resulta da circulação do fluido onde o composto se encontra dissolvido [2]. Sempre que uma mistura contém dois ou mais compostos moleculares nas diferentes composições relativas de ponto para ponto, um processo natural ocorre no sentido de diminuir as desigualdades das composições até se atingir o equilíbrio. Este transporte macroscópico, independente de qualquer convecção dentro do sistema, é definido como transferência por difusão molecular [3]. A transferência de massa entre misturas de fases imiscíveis, e misturas parcialmente miscíveis, é frequentemente uma consequência da dinâmica do movimento do ou no sistema, designado de transferência de massa por convecção e depende tanto das propriedades de transporte como das características dinâmicas dos componentes a migrar. Existem dois tipos de transferência convectiva: se o movimento for provocado por um dispositivo (bomba, rotor, etc.), o processo chama-se transferência por convecção forçada; se por outro lado, a transferência for devido a diferenças de densidade, o processo é designado de transferência por convecção natural [4].

Reações catalíticas em tanques com agitação envolvem processos como transferência de massa (gás-líquido e sólido-líquido), difusão intraparticular, adsorção, reação na superfície do catalisador e dessorção de produtos, tornando o processo muito complexo. Assim, tendo em conta a complexidade do sistema, é muito importante perceber estes processos e o efeito na hidrodinâmica do sistema quando se projeta um reator. Compreender e modelar a transferência de massa entre fases é importante, porque muitas vezes pode ser o passo crítico a determinar na realização de uma dada aplicação, portanto, pode dar as primeiras indicações sobre o *design* e *scale-up* em que o processo será baseado [5].

Uma vez que a quantidade de massa transferida depende da área interfacial específica (quanto maior a área interfacial mais fácil será a transferência de massa), esta é

crucial na compreensão e modelação de fenómenos de transporte. A área interfacial é o local onde ocorrem as transferências de massa, na interface gás-líquido.

Para sistemas bem definidos, tais como esferas e placas planas, é fácil definir a área, mas neste caso concreto, devido à usual irregularidade da forma das bolhas de ar, é necessário recorrer a vias alternativas para medir os valores dos diâmetros. Assim, começa por se considerar que as bolhas podem ser consideradas aproximadamente elípticas, e os eixos maior (E) e menor (e) do elipsoide projetado (em duas dimensões) podem ser determinados (Figura 1).

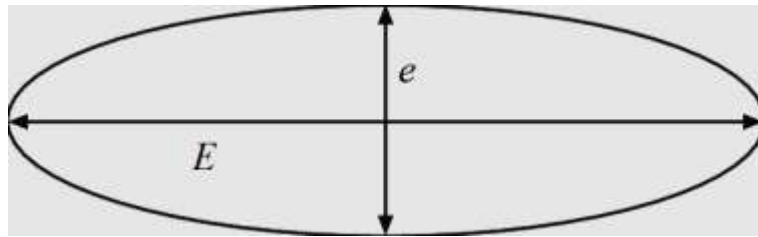


Figura 1 – Eixos do elipsoide projetado em duas dimensões (Adaptado de [6]).

O diâmetro da esfera equivalente é considerado como a dimensão representativa da bolha (Equação 1). Diferentes autores recomendam o uso do diâmetro médio de Sauter (d_{32}) (Equação 2), que pode ser determinado através dos dados calculados para o diâmetro equivalente, onde n_i é o número de bolhas que têm um diâmetro equivalente (d_i). O diâmetro médio de Sauter e os valores de fração volumétrica da fase dispersa (*holdup*), representada por ε_G , permitem o cálculo da área interfacial específica (Equação 3) [7].

$$d = \sqrt[3]{E^2 e} \quad (1)$$

$$d_{32} = \frac{\sum_i (n_i d_i^3)}{\sum_i (n_i d_i^2)} \quad (2)$$

$$a = \frac{6\varepsilon_G}{d_{32}(1 - \varepsilon_G)} \quad (3)$$

1.4. Colunas de Bolhas

Os reatores do tipo colunas de bolhas são simples tanques cilíndricos com dispersor de gás no fundo, através do qual se dá a dispersão contínua de gás numa fase líquida sob a forma de bolhas (Figura 2). A coluna pode operar em modo *semibatch* se, o fluxo de gás é contínuo e o líquido está em estado estacionário (modo *batch*), ou operar em modo contínuo, no caso de ambas as fases se encontrarem em modo contínuo [3].

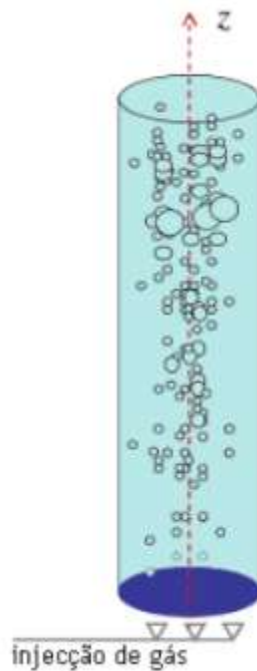


Figura 2 - Esquema de uma coluna de bolhas simples (Adaptado de [8]).

O dispersor da fase gasosa é um acessório de grande relevância para o projeto de colunas, pois determina o tamanho inicial das bolhas, além de ter influência na distribuição e na velocidade de ascensão das mesmas. Para além de poder ser apenas um simples orifício (*nozzle*), existem vários outros tipos comumente utilizados (Figura 3), como o de prato perfurado (A), radial (B), *spider* (C) e múltiplos anéis (D) [9].

Este tipo de reatores é muito utilizado como meio de contacto entre fases e como reator multifásico em operações gás-líquido industriais, como por exemplo processos que envolvam reações de oxidação e polimerização, agitação por injeção de gás, fermentadores, entre outros, em processos industriais químicos, bioquímicos, petroquímicos e metalúrgicos, devido à sua simples construção, baixo custo de operação e elevada eficiência energética.

A sua grande variedade de aplicações é devida às várias vantagens que estes reatores apresentam quer a nível do projeto quer a nível da operação em relação a outros tipos de reatores. A principal vantagem da sua utilização é possuírem excelentes características de transferência de calor e massa, ou seja, elevado valor de coeficiente de transferência de calor e massa [10].

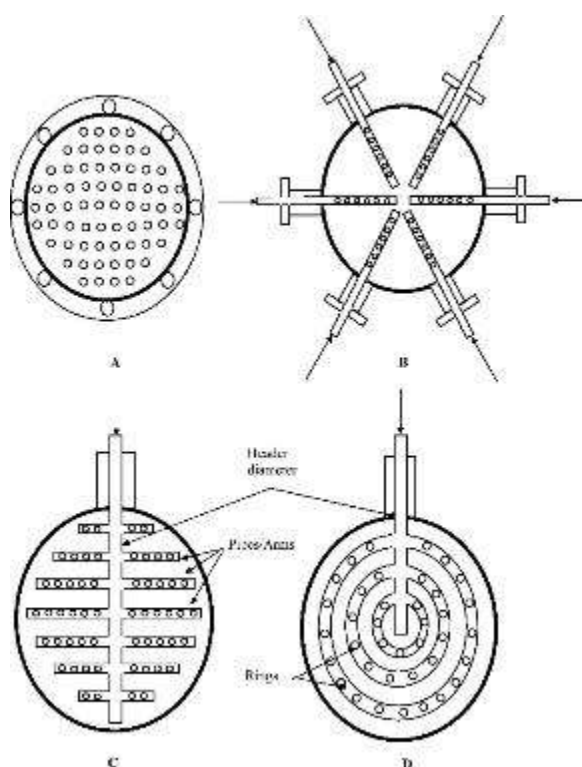


Figura 3 – Tipos de distribuidor de fase gasosa comumente utilizados[9].

1.4.1. Características da Fase Gasosa

Características como o tamanho e distribuição das bolhas, e a velocidade de subida do gás, são parâmetros importantes que influenciam o desempenho do reator, e consequentemente necessitam de ser conhecidos [11]. Estas características são determinadas pelas condições de operação e parâmetros do reator, como por exemplo o tipo de dispersor de gás, e pelas propriedades da fase líquida, como a viscosidade do líquido, a presença/ausência de partículas sólidas, bem como por propriedades associadas à interface da superfície da bolha (determinadas pela presença/ausência de surfactantes) [12].

Normalmente, são considerados dois tipos de regimes de bolhas, dependentes da velocidade do gás: homogéneo e heterogéneo (Figura 4). O regime homogéneo apresenta-se para velocidades de gás baixas e caracteriza-se por bolhas de tamanho aproximadamente idêntico e pelo facto de o fenómeno da coalescência de bolhas poder ser desprezado. O tamanho das bolhas e os valores de *holdup* verificados na coluna estão fortemente dependentes das propriedades físico-químicas do sistema gás-líquido e do tipo e desenho do dispersor de gás. Para velocidades elevadas, o regime homogéneo não consegue ser mantido. Bolhas maiores e com maior velocidade do que as bolhas pequenas formam-se por coalescência. Como consequência, a distribuição do tamanho das bolhas difere ao longo da coluna. A isto se chama regime heterogéneo e é caracterizado por uma grande distribuição do tamanho das bolhas. Os dois regimes são separados por um regime de transição que corresponde ao desenvolvimento de zonas com movimento de líquido. Os limites entre cada um dos regimes dependem do desenho do reator, dos parâmetros de operação e das propriedades físico-químicas das fases existentes no processo [13].

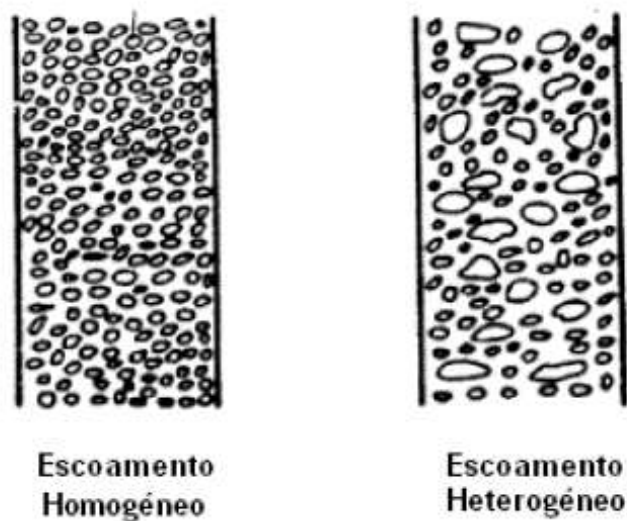


Figura 4- Regimes de escoamento mais comuns em colunas de bolhas (Adaptado de [1]).

No projeto de um reator do tipo coluna de bolhas o regime homogêneo é o mais desejado porque melhora a eficiência do equipamento pelo aumento da área interfacial gás-líquido [11].

1.4.2. Características da Fase Líquida

Como mencionado anteriormente, para além das condições de operação e parâmetros do reator, também as propriedades da fase líquida determinam características como o tamanho e distribuição das bolhas, sendo uma dessas propriedades a presença/ausência de surfactantes.

Os agentes de superfície, também designados por surfactantes ou tensioativos, são compostos que reduzem a tensão superficial de um líquido. Têm afinidade para interfaces de polaridades diferentes (ar-líquido, ou líquido-líquido) e são parcialmente solúveis tanto em solventes orgânicos (não polares), como em soluções aquosas (polares). Essas propriedades são originárias de estruturas anfifílicas ou anfipáticas, que compreendem os grupos hidrofílico (cabeça) e hidrofóbico (cauda) [14].

Geralmente, as alterações provocadas pela adição de surfactantes na tensão superficial entre as bolhas de gás e a fase líquida, conduz a uma redução da velocidade de ascensão, da frequência de coalescência e do tamanho das bolhas, resultando no aumento da área interfacial específica e do *holdup*, enquanto diminui simultaneamente o coeficiente de transferência de massa da fase líquida (k_L) [15].

O efeito da tensão superficial assume um importante papel nos regimes homogêneo e de transição, e menos importante no regime heterogêneo, no qual a redução de coalescência é sobreposta pelo efeito predominante de turbulência macroscópica. Verifica-se também que, com a presença de surfactantes em meio líquido, a transição do regime de bolhas é deslocado para maiores velocidades de gás. No entanto, o regime heterogêneo aparece praticamente para a mesma velocidade, sendo que o regime de transição tende a desaparecer. O alargamento do regime homogêneo pode ser explicado pela diminuição da coalescência e pelo aumento da rigidez das bolhas [16].

Exemplo de um surfactante é o Triton X-100, um tensioativo não iônico que possui uma cadeia hidrofílica de óxido de polietileno (tem em média 9,5 unidades de óxido de etileno) e um grupo hidrofóbico aromático – grupo 4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)-fenilo. Este composto é principalmente usado em detergentes industriais e domésticos e em agentes emulsificantes. É utilizado em quase todo tipo de líquido, pasta e composto de limpeza em pó, desde produtos industriais pesados a detergentes suaves para tecidos finos. É também um ingrediente importante de misturas de emulsionantes primários utilizados na produção de polímeros em emulsão, estabilizadores em polímeros de látex e emulsionantes para concentrados de emulsão agrícola e pós molháveis [17].

1.5.Métodos de Medição de Bolhas

A detecção e a determinação da dimensão de bolhas em sistemas gás-líquido são importantes em vários processos industriais, como processos bioquímicos: biotransformação e fermentação em biorreatores, tratamento biológico de efluentes líquidos, e outros processos químicos. Estes sistemas também ocorrem no ambiente natural, como em geofísica e na dinâmica de aerossóis [18]. O tamanho das bolhas afeta a área interfacial, pelo que a sua determinação e a distribuição do tamanho de bolhas desempenham um papel importante na determinação das propriedades dos sistemas gás-líquido, e por isso precisam ser conhecidos com precisão suficiente.

Devido à existência de bolhas, as características acústicas e óticas dos líquidos alteram-se. Por exemplo, a velocidade do som na água com bolhas é muito diferente da que se verifica na água pura, o que permite usar métodos relacionados para determinar o tamanho das bolhas, sendo os métodos óticos visuais os mais simples. Contudo, existem três problemas na medição do tamanho e da distribuição de tamanhos por métodos visuais, sendo que o primeiro se prende com o facto de que as bolhas são pequenas demais para serem medidas pelo olho humano. Para além disso, estas estão em constante movimento e o ambiente subaquático é bastante complexo. Face ao exposto, surgiu a necessidade de desenvolver métodos avançados que permitissem avaliar as dimensões das bolhas [19]. Três métodos de medição, entre outros, têm sido amplamente aceites ao longo dos anos: ótico, fotográfico e acústico.

1.5.1. Método Ótico

O método ótico é baseado no princípio de bloqueio de luz [20] ou na reflexão especular de campo escuro [21]. Um feixe de laser é enviado para o líquido e um fotodetector, geralmente um fotomultiplicador, é usado para medir a luz refletida e refratada de uma bolha de gás (adequado também para partículas sólidas), à medida que esta passa por um pequeno volume de controlo. Os pulsos do fotodetector são amplificados e classificados de acordo com a sua altura e comprimento por um analisador de altura de pulso (Figura 5). O tamanho da bolha deve ser maior que o comprimento de onda da luz.

O método é contínuo, mas observa apenas uma pequena parte do fluxo. Métodos óticos como a holografia [22] e os métodos de microscópio são geralmente aplicados para dimensionar núcleos de cavitação.

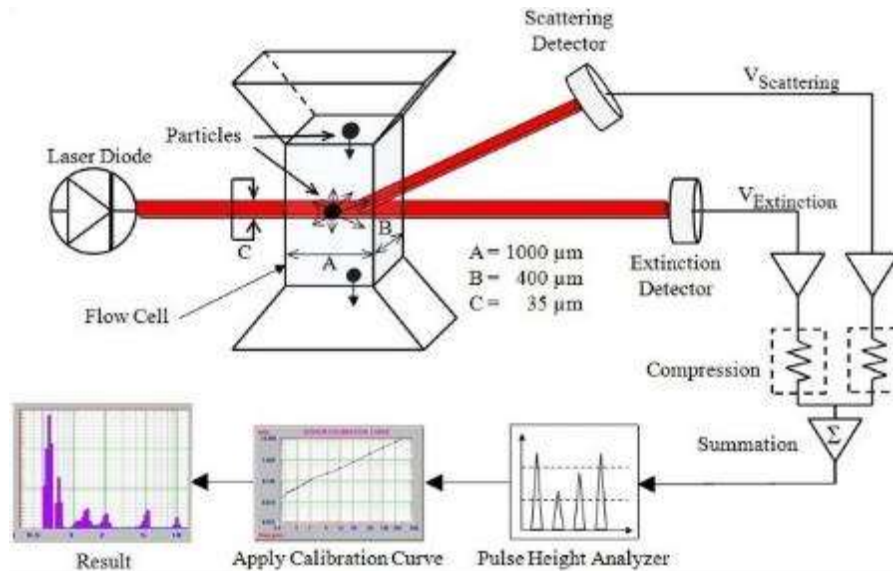


Figura 5 – Esquema de método ótico usado para determinar a concentração e tamanho das partículas em suspensão líquida[23].

No entanto, a técnica de microscopia ótica também permite medir a distribuição do tamanho de bolhas. Essa técnica é usada com mais frequência para medir bolhas menores com um diâmetro que varia entre 3 a 150 μm. Todavia, essa técnica depende da configuração da lente ótica, da profundidade do foco, e da taxa de captura de imagens. Assim, uma estimativa da distribuição de tamanhos depende da medição dos tamanhos das bolhas, bem como do número de bolhas, e surge um problema quando bolhas de movimento rápido estão presentes. Além disso, também é difícil isolar automaticamente as bolhas sobrepostas [24].

1.5.2. Método Fotográfico

A técnica fotográfica usa uma câmara para obter imagens de bolhas presentes no interior de um recipiente. As imagens capturadas são então analisadas com recurso a um *software* de processamento de imagens específico para calcular a distribuição do tamanho de bolhas. A precisão do resultado depende muito da resolução da imagem, que normalmente depende da qualidade da câmara digital utilizada.

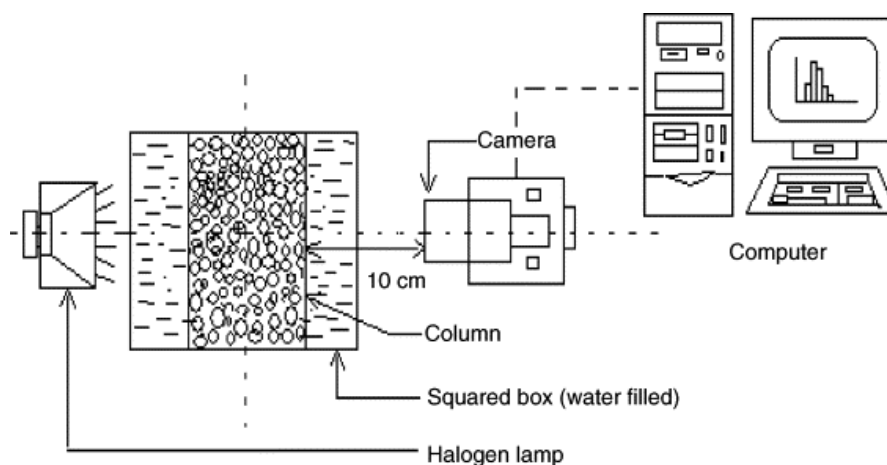


Figura 6 – Esquema de método fotográfico para determinação do tamanho de bolhas[25].

No entanto, este método tem duas limitações. Primeiro, a câmara deve ser colocada fora do recipiente para evitar o contato com o líquido, e assim o exterior do recipiente também deve ser transparente, de modo que a câmara possa capturar as imagens. Em segundo lugar, as bolhas podem agrupar-se e aglutinar-se quando a sua concentração é muito elevada. Deste modo, as imagens capturadas pela câmara podem não ser nítidas e, portanto, podem ser difíceis de processar. Assim, a utilização do método fotográfico é adequada somente se as medições forem realizadas em um sistema de suspensão diluído [26]. A faixa de tamanho coberta é entre 50 e 500 μm . O volume de amostra e a cobertura espacial são maiores que os do sistema ótico, mas devem ser mantidos pequenos para que não ocorra perda de resolução.

1.5.3. Método Acústico

Os tamanhos das bolhas podem ser determinados acusticamente com base em três tipos de medições: dispersão ou atenuação excessiva da onda acústica e mudança na velocidade do som. Como estes são fenômenos dependentes de frequência, dois tipos de ressonância acústica podem ser usados: ressonância em baixas frequências (50 - 1000 Hz) na qual as plumas de bolhas ressoam coletivamente; ressonância em altas frequências (10 - 400 kHz) em que uma única bolha é registrada [21]. O intervalo do tamanho da bolha pode ser escolhido alterando a frequência do sonar. Um intervalo de tamanho entre 34 e 1200 μm é normalmente coberto, mas pode ser estendido em ambas as direções para 8 μm e 2,5 mm.

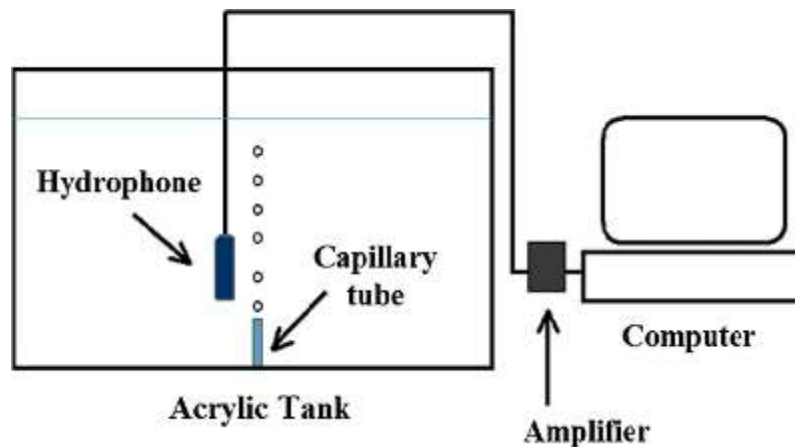


Figura 7 – Esquema simplificado de método acústico para determinação do tamanho de bolhas[27].

Comparativamente aos dois métodos anteriores, o volume de amostragem e a cobertura espacial são muito maiores, e o processamento de dados é altamente recetivo ao desempenho automático. Para além disso, em contraste com outras técnicas existentes, um sistema de medição baseado em ultrassons é capaz de amostragem rápida e contínua, o que é vantajoso para amostras que contêm bolhas de movimento rápido [28]. Ademais, técnicas ultrassónicas podem ser aplicadas numa amostra opticamente opaca em sistema gás-líquido, bem como gás-líquido-sólido, e, portanto, tem uma faixa de aplicação muito mais ampla [29].

2. Materiais e Métodos

2.1.Reagentes

A maioria das observações foram efetuadas com água canalizada. Nas experiências com presença de um sal, utilizou-se sulfato de sódio (Na_2SO_4), já na adição de um tensioativo à coluna de bolhas utilizou-se Triton X-100.

Tabela 1 –Propriedades do sulfato de sódio e do tensioativo utilizados como reagentes[30].

Propriedade	Sulfato de Sódio	Triton X-100
Massa Molar (g.mol^{-1})	142,04	647
Temperatura de fusão ($^{\circ}\text{C}$)	884	6
Massa específica (kg.m^{-3})	2680	1007
Solubilidade em água (g.L^{-1}) a 20°C	200	Totalmente solúvel

2.2.Instalação Experimental

A instalação experimental, representada de forma simplificada na figura 8, consistiu em duas colunas, uma de diâmetro interno de 64 mm e outra de 94 mm, ambas em tubo acrílico de 490 mm de altura.

Cada coluna foi dividida em zonas, por altura desde o topo, cujo comprimento correspondente ao diâmetro coluna. Desta forma a Zona C vai do primeiro diâmetro ao segundo, a Zona B do segundo ao Terceiro e a Zona A do terceiro ao quarto diâmetro. No caso da coluna de 64 mm procedeu-se da mesma forma.

O reator é simplesmente composto pela coluna encaixada em duas placas de acrílico que delimitam o fundo do reator e topo. O gás utilizado foi ar, fornecido pelo sistema compressor instalado no IST. A saída do ar é regulada por rotâmetros, tendo-se usado um contador de gases para medir o caudal de ar em m^3 e desta forma fornecer dados

necessários para calibração dos rotômetros. O ar é injetado através de um dispersor no fundo das colunas, que na maior parte do trabalho consistiu num dispersor poroso cilíndrico. O reator foi mergulhado num tanque com água para eliminar o fator de refração da luz e facilitar a captura de imagem da posição correta. A Figura 8 esquematiza o sistema experimental montado já Figura 9 mostra o mesmo sistema em foto real.

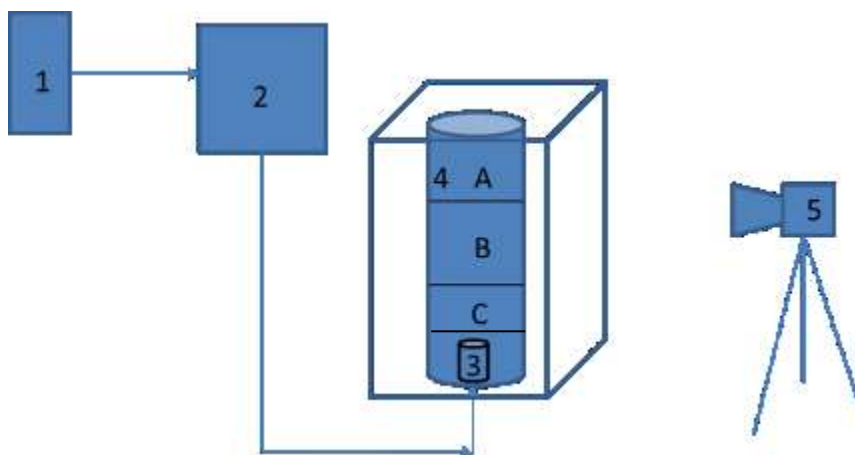


Figura 8 – Esquema da montagem experimental da coluna de bolhas.

Legenda da Figura 8:

- 1 – Rotômetro;
- 2 – Contador de gases em m^3 ;
- 3 – Dispersor;
- 4 – Coluna cilíndrica, repartida em zonas A,B,C;
- 5 – Câmara Fotográfica.



Figura 9 –Foto da instalação experimental

2.2.1. Tipos de Dispersor Utilizados

Na maior Parte das Medições Experimentais no reator de coluna de bolhas usou-se um dispersor cilíndrico poroso, semelhante aos que são usados em aquários para peixes.

No entanto, para se observar o efeito de diferentes dispersores sobre a distribuição de tamanhos, utilizou-se também um dispersor de Placa acrílica perfurada. Este dispersor consiste numa placa de diâmetro 92 mm com espessura de 3 mm, com 85 furos de 1 mm de diâmetro e com 6 mm de espaçamento entre eles.

Como se pode observar na Figura 10, em alguns ensaios utilizou-se a placa de dispersão com parte dos furos tapados, reduzindo assim o número de furos para 47. Isto foi necessário devido a se ter observado que o fluxo da fase gasosa não chegava a vários furos do dispersor, criando assim caminhos preferenciais logo à saída do dispersor.



Figura 10– Dispersor de placa acrílica perfurada.

Ainda foi utilizado um outro dispersor, construído com materiais reutilizáveis, da seguinte forma: a partir de um troço de mangueira de ar, tapou-se uma saída com vedante e fita adesiva e na outra extremidade colocou-se uma peça fina que dava para encaixar na mangueira da saída do ar no fundo da coluna, com uma seringa, e efetuaram-se vários furos no espaço de mangueira entre a peça e a extremidade tapada, como se pode observar na Figura 11.

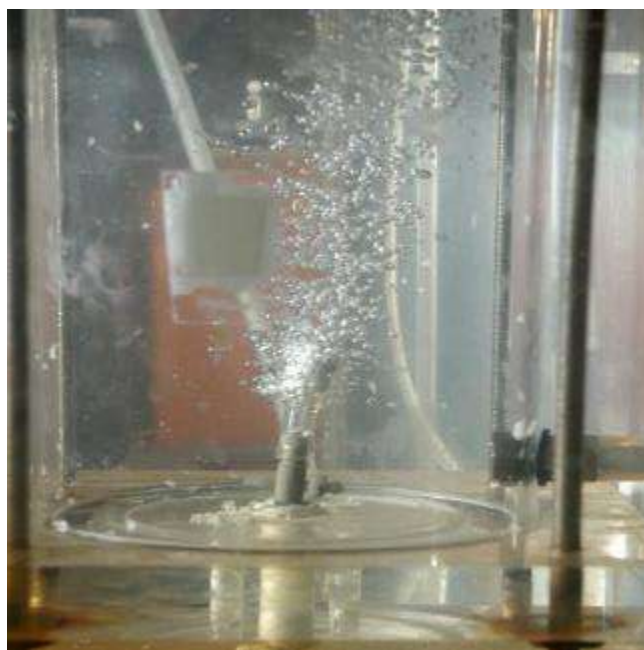


Figura 11 - Dispersor criado em funcionamento

2.2.2. Cálculos Auxiliares

Os ensaios foram realizados à pressão atmosférica e temperatura ambiente, 20 °C. A área superficial calculada é aproximadamente 0,6940 dm² para coluna de diâmetro 94 mm e de 0,3217 dm² para a de 64mm.

Para que a coluna de bolhas tenha um escoamento homogêneo verificou-se que seria possível funcionar com uma velocidade de injeção máxima de 0,5 dm.s⁻¹. Multiplicado esta velocidade máxima pela área superficial e por 60 obteve-se um caudal máximo de 20,82 L.min⁻¹.

Tabela 2 – Correspondência entre o caudal e a velocidade superficial.

Velocidade (dm/s)	0,5	0,4	0,3	0,2	0,1	0,005	0,0025
Caudal (L/min)	20,82	16,66	12,49	8,33	4,16	2,08	1,04

Como o rotâmetro é escalonado por posição, teve-se que recorrer à calibração do mesmo, tendo-se considerado apenas os quatro caudais mais baixos da tabela 2.

2.2.3. Outros Materiais Utilizados

Foi utilizado uma máquina fotográfica profissional da marca Pentax*istD, que exigiu uma aprendizagem experimental e melhoria contínua. Após várias fotos, considerou-se que os seguintes parâmetros de funcionamento da máquina seriam os mais indicados: tempo exposição 1/125 segundos; sensibilidade ISO de 400; e abertura de 8,0. Foi necessário recorrer a um Flash externo e utilizar-se um fundo preto, para melhorar o contraste, obtendo-se imagens como se pode observar no exemplo da figura 11.



Figura 12 – Foto de exemplo de observação de bolhas.

Para medir as dimensões das bolhas, utilizou-se o programa Digimizer 4.5 e respectiva ferramenta de medição. O programa permite exportação dos dados registados para ficheiro Excel, tendo-se usado o Excel © 2016 para tratar os dados, realizando os cálculos de determinação do diâmetro de cada bolha com recurso às equações (1) e (2) .

2.3.Acerto das condições de fotografia

Antes de proceder aos registos sistemáticos das imagens, para as várias condições de operação, foi necessário determinar as melhores condições de fotografia. Estudou-se onde se efetuariam a focagem, na escala, colocada na parede da coluna, ou no centro da coluna, e de quantas bolhas deveriam ser medidas. Foi realizada a medição de um número aproximadamente igual de bolhas em fotos com foco no centro da coluna e em fotos com o foco na escala. Foi feita uma avaliação dos gráficos obtidos do tratamento dos dados. Devido ao facto de estes serem aparentemente semelhantes, de haver uma maior facilidade de medição e de se conseguir medir um maior número de bolhas em cada foto, optou-se por fazer o foco na escala. O maior problema de fazer o foco no centro da coluna, é que só se consegue focar as bolhas que estão no centro da coluna, desfocando as outras ao ponto de não se conseguir perceber a interface.

Para determinar quantas bolhas medir, realizou-se a medição de 1000 bolhas, divididas por 5 fotos. Conclui-se que ao fim de 400 bolhas contadas o d_{32} estabiliza, mas para minimizar o erro decidiu-se considerar uma margem e medir mais 200, passando-se a medir cerca de 600 bolhas em cada ensaio. Não sendo possível ler todas as 600 bolhas numa foto, decidiu-se utilizar pelo entre 3 a 5 fotos.

Para verificar se os dados seriam reprodutíveis, fixou-se o caudal de 2,08 L/min, a zona de medição ficou estabelecida numa parte da coluna, isto porque não dava par fazer medição da coluna inteira. Tendo o caudal e a zona fixos, realizou-se a medição de 600 bolhas em 5 dias diferentes. Por análise dos gráficos obtidos do d_{32} , bem como dos histogramas construídos a partir dos dados, pode-se comprovar que os dados eram reprodutíveis.

2.4.Condições de Estudo

Com a coluna de bolhas preenchida apenas com água da torneira, estudou-se a variação da zona, bem como a variação do caudal. Relativamente à adição do sulfato de sódio ao reator, foi estudado o efeito da sua variação de concentração, e retirou-se dados em cada zona com os diferentes caudais tendo uma concentração estabelecida.

Também foi objeto de estudo a adição de surfactante (Triton X-100) a uma concentração fixa de 0,001 M (concentração estabelecida com base em trabalhos anteriores [31]) e foco na zona A, devido ao facto do d_{32} não variar muito com alteração das zonas, e apenas nos caudais 2,08 e 4,16 L.min⁻¹.

Relativamente à verificação do efeito do diâmetro da coluna, fez-se medições da coluna de diâmetro 64 mm na Zona A e Zona A0 apenas com o caudal de 2,08 L.min⁻¹. A Zona A0 consiste na Zona acima da Zona A, visto que por a coluna ser de diâmetro menor, é possível dividir esta coluna em mais zonas.

Para a alteração do dispersor, no caso do dispersor de placa acrílica perfurada foram feitas medições de bolhas na zona A com os caudais 2,08 e 4,16 L.min⁻¹. Ainda foram efetuadas medições com um dispersor feito com materiais reutilizáveis, na zona A com o caudal de 2,08 L.min⁻¹.

Procedeu-se ainda à medição dos *holdup* da coluna só com água, após adição do sal e apos adição do surfactante. O *holdup* foi determinado por observação visual do aumento de altura do líquido devido ao arejamento, face ao nível sem arejamento.

3. Resultados

3.1. Elementos de ajuste dos ensaios

3.1. Retas de Calibração Obtidas

As figuras 13 e 14 representam as curvas de calibração do rotâmetro, com o arejamento das colunas de 94 e de 64 mm, respetivamente.

Na coluna de 94 mm obteve-se a reta ajustada:

$$y = 2,0783x - 12,61 \quad R^2 = 0,9989$$

E na coluna de 64 mm obteve-se:

$$y = 2,0064x - 14,46 \quad R^2 = 0,9996$$

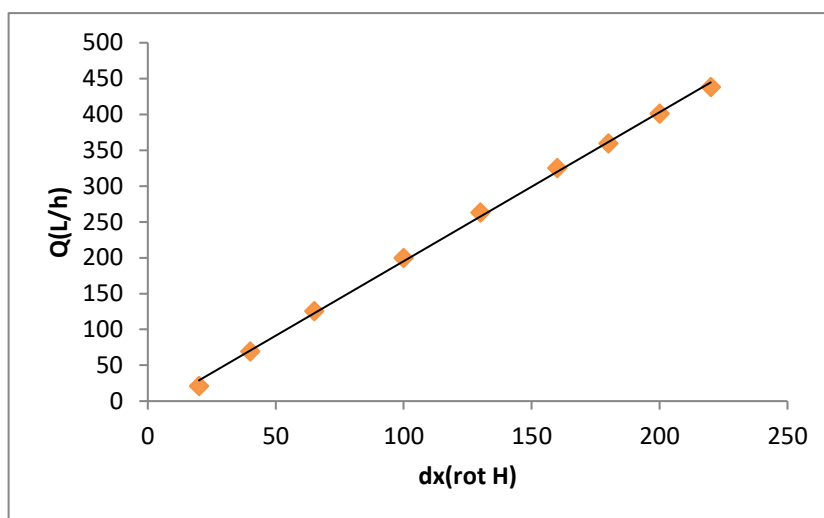


Figura 13– Recta de calibração obtida para coluna de 94mm

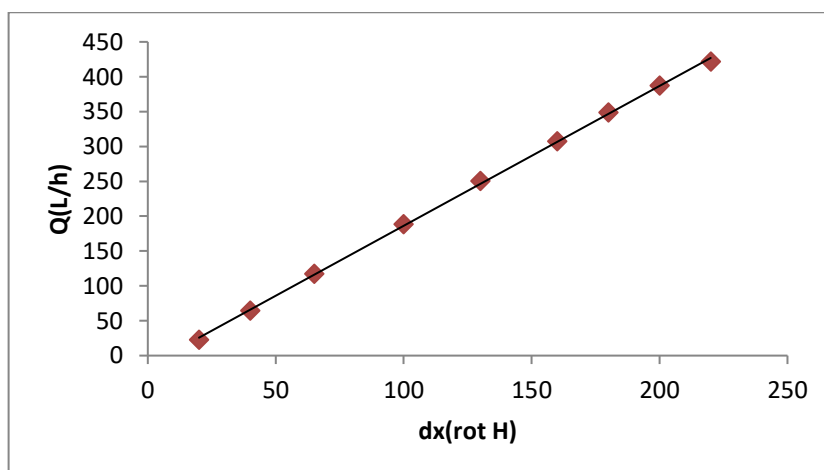


Figura 14 – Recta de calibração da coluna 64 mm

Com base na observação das Figura 13 e Figura14 e respectivas equações de reta obtidas verificou-se que o numero de pontos utilizado foi adequado e o coeficiente de correlação de ambas a regressões lineares são elevados o suficiente para considerar que calibração do rotâmetro foi bem sucedida.

3.1. Critérios de registo e tratamento das imagens

3.1.1. Focagem

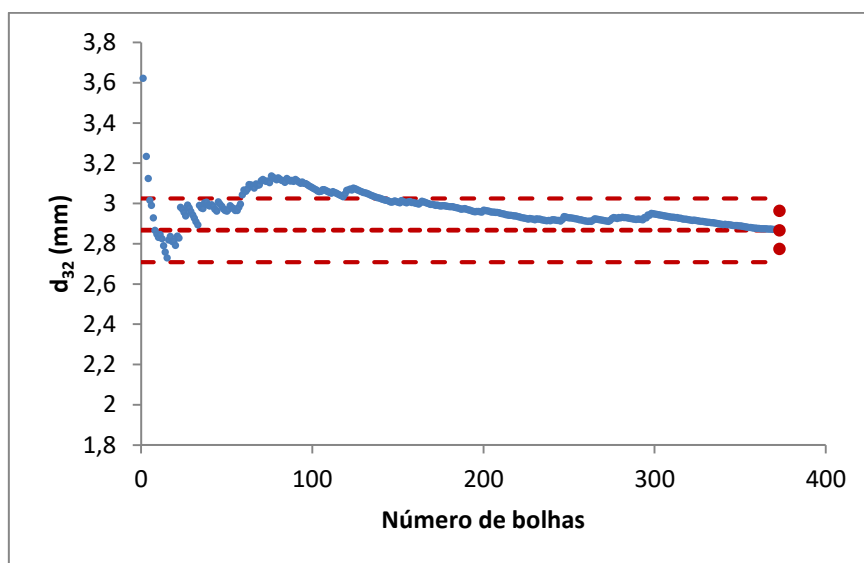


Figura 15 - Medição de Bolhas em fotos focadas numa escala colocada na coluna

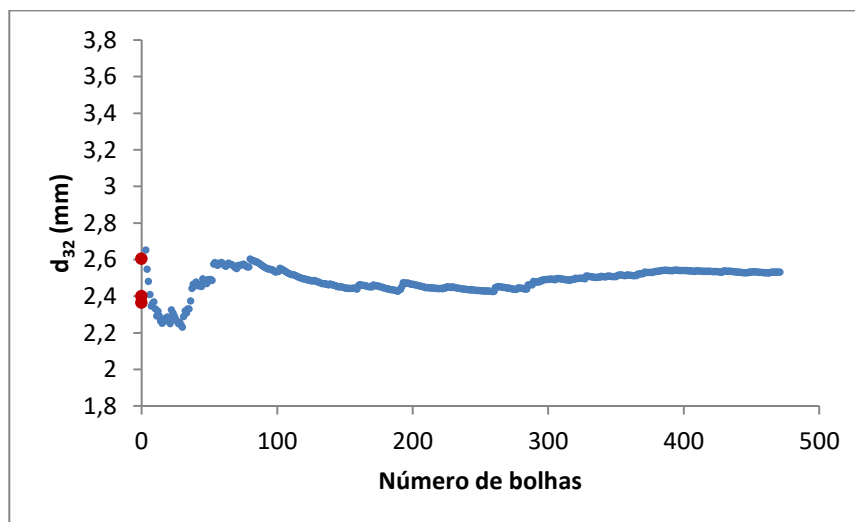


Figura 16 - Medição de Bolhas em fotos focadas no centro da coluna

Pela semelhança do comportamento dos gráficos Figura 15 e Figura 16, ficou claro que as duas opções eram válidas. No entanto optou-se por fazer foco na escala devido à maior facilidade de medição das bolhas e de se conseguir medir mais bolhas com menos fotos.

3.1.2. Determinação do Número de Bolhas Medidas

Na Figura 17 é visível que o diâmetro de Sauter estabiliza após medidas cerca de 400 bolhas, mas quanto maior o número de bolhas medidas, mais o valor do diâmetro médio fica estável. Por essa observação, decidiu-se tentar medir cerca de 600 bolhas. Como não possível medir tantas bolhas em apenas uma foto ficou decidido utilizar mais fotos e realizar o mesmo número de bolhas medidas em cada foto, chegando-se à conclusão de utilizar 3 fotos e medir 200 bolhas por cada foto.

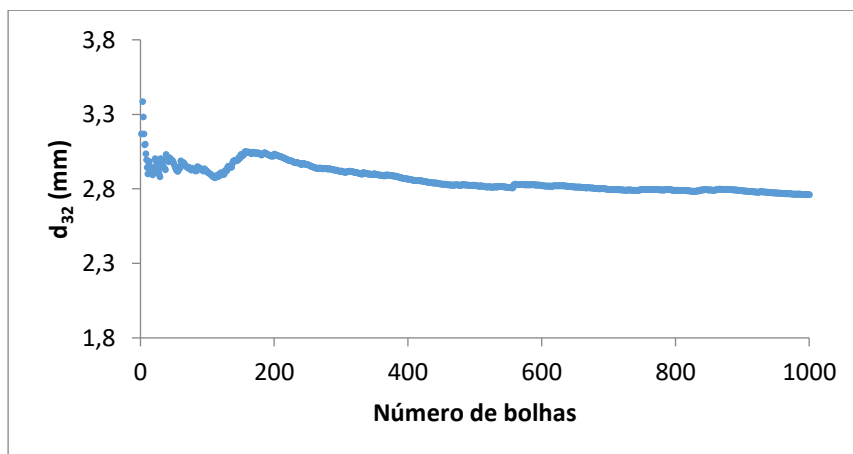


Figura 17-Medição de 1000 Bolhas

3.1.3. Reprodutibilidade dos resultados ao longo de uma semana

A Figura 18 é representa um resumo de várias determinações em dias sucessivos, para verificar a reprodutibilidade do método. Verifica-se o d_{32} após medidas cerca de 600 bolha não mostra variação significativa de dia para dia. E, com base na análise de histogramas semelhantes ao da Figura 20, também se observou serem as medições reprodutíveis.

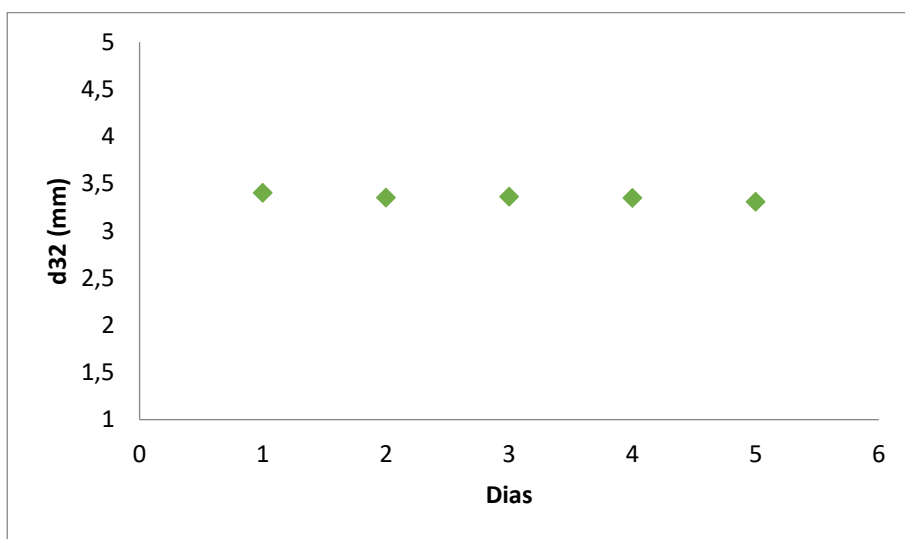


Figura 18-Resultados de d_{32} obtidos ao longo de cinco dias

Para o sistema só com água, Zona A e caudal $2,08 \text{ L.min}^{-1}$ obteve-se os seguintes gráficos, representados a título de exemplo.

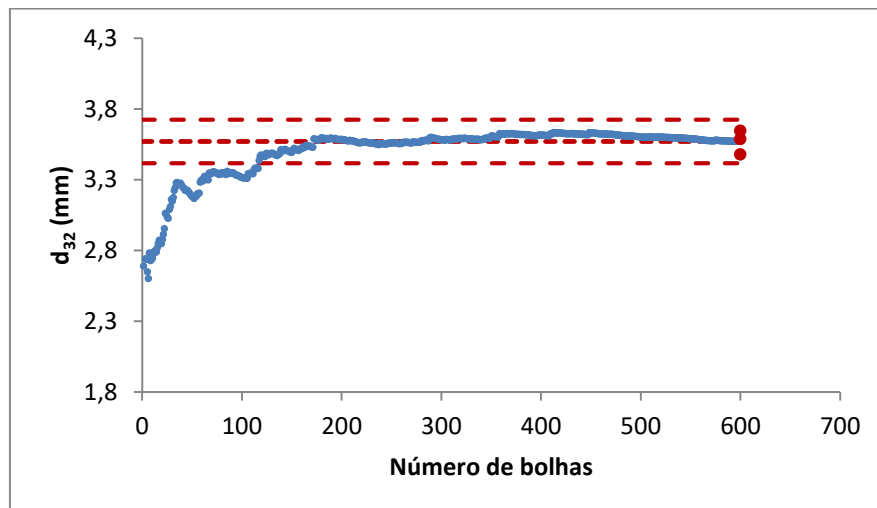


Figura 19 – Variação do d_{32} em função do número de bolhas medidas

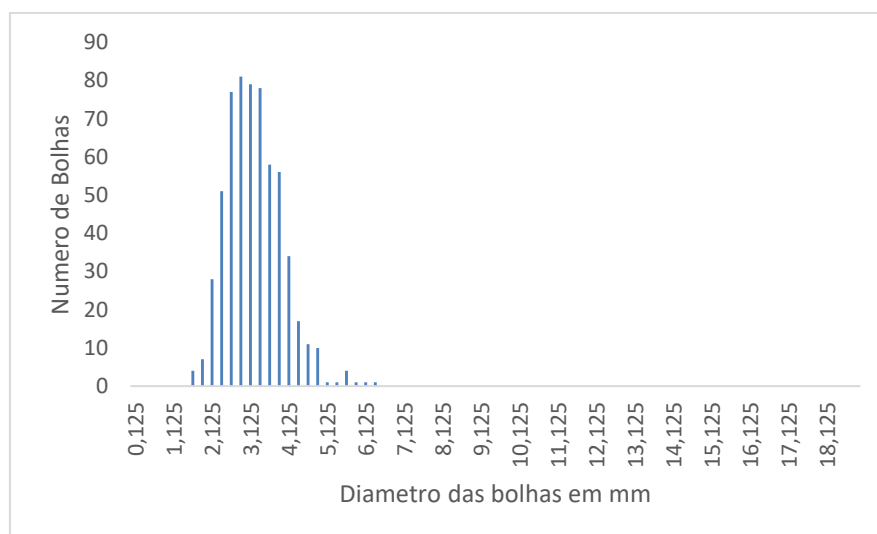


Figura 20– Histograma do Tamanho das Bolhas medidas

Estes gráficos da Figura 19 e Figura 20 vão servir de exemplos, pois foram construídos gráficos semelhantes para todos os ensaios realizados. De forma a facilitar a interpretação, no seguimento apenas será apresentado os resultados do d_{32} após contadas 600 bolhas, em forma de tabela.

3.2. Variação de zona e caudal

Observando-se a Figura 21, verifica-se que o d_{32} determinado em cada Zona da coluna de 94 mm não varia significativamente, apesar de apenas se ter efetuado a comparação com o caudal de cerca de 2 L/min. Por outro lado, observou-se que o aumento de caudal provoca o aumento do d_{32} .

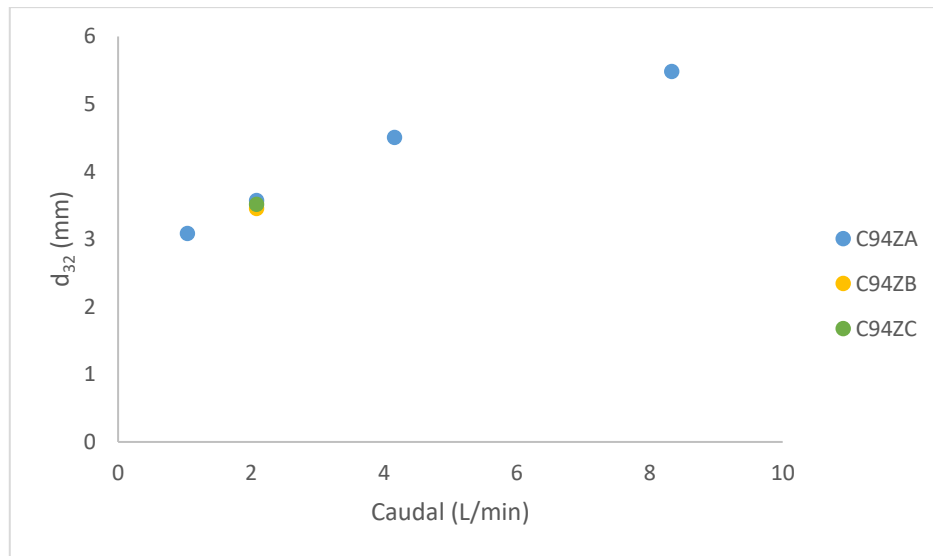


Figura 21- d_{32} em função do caudal nas diferentes zonas da coluna 94 mm.

3.3. Adição de Sal

Nesta secção, apresentam-se os resultados obtidos com a presença de sulfato de sódio, a diferentes concentrações.

Por observação da Figura 22 verifica-se que o d_{32} médio vai diminuindo com o aumento de concentração, até aos 0,13 M, sendo que depois aos 0,3 M, o d_{32} médio aumenta ainda que pouco.

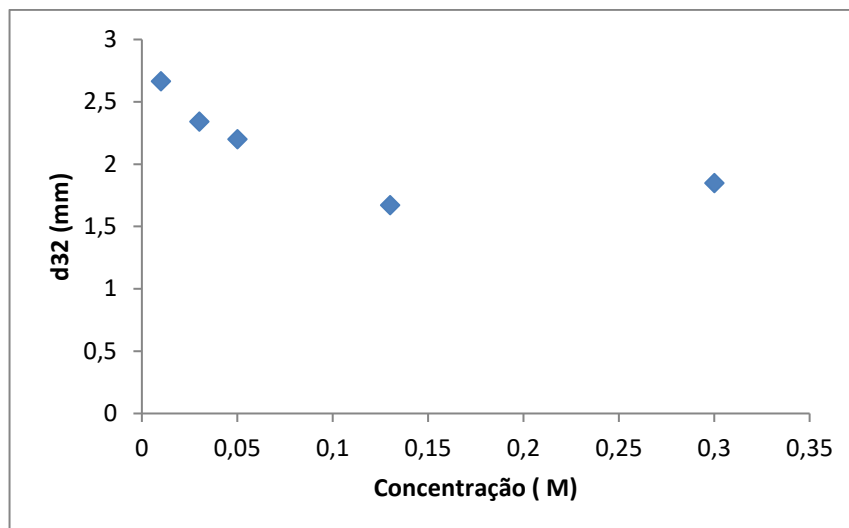


Figura 22– d_{32} em função da Concentração de Sulfato de Sódio.

Com os gráficos das distribuições, observou-se que a concentração 0,01 M é muito baixa para provocar alterações, a 0,05 M já tem efeito no diâmetro, mas é mínimo, e nas outras concentrações pode-se constatar o deslocamento das bolhas mais frequentes para gama de bolhas pequenas (0-2). Para as seguintes medições utilizou-se a concentração de 0,3 M de sulfato de sódio devido ao modo como a curva foi preparada. Fez-se as contas para atingir a concentração pretendida, a contar com a concentração que já estava na coluna. Deste modo poupou-se reagente. Depois de medir a concentração 0,3 M chegou-se ao seguinte impasse, ou se fazia as medições com 0,3 M e assumia-se o erro embora que não fosse muito grande, ou então perder tempo para limpar a coluna e esperar que estivesse estabilizada para se fazer medições. A tabela 3 representa os resultados obtidos com a concentração de 0,3 M. em sulfato de sódio.

Tabela 3–Resultados de d_{32} com soluções de 0,3M de Sulfato de Sódio

Zona A		Zona B		Zona C	
Caudal (L/min)	d_{32} (mm)	Caudal (L/min)	d_{32} (mm)	Caudal (L/min)	d_{32} (mm)
1,04	1,00	1,04	1,09	1,04	1,07
2,08	1,85	2,08	1,74	2,08	1,09
4,16	2,03	4,16	2,02	4,16	2,03
8,33	2,38	8,33	3,07	8,33	2,14

Com base na Tabela 3 e no gráfico da Figura 23 verifica-se que a adição de sulfato de sódio reduz significativamente o d_{32} e causa a variação d_{32} de zona para zona da coluna, considerando fixo o caudal. O mais intrigante é que para o caudal 4,16 L/min o d_{32} graficamente é coincidente para as diferentes zonas. Isto poderá ser explicado pela possível falta de homogeneidade de concentração do sal nas diferentes zonas para diferentes caudais, levando a crer que no caudal 4,16 L/min existe uma possível homogeneidade de da concentração do sulfato de sódio em toda a coluna, concluindo que este caudal possa ser o mais conveniente.

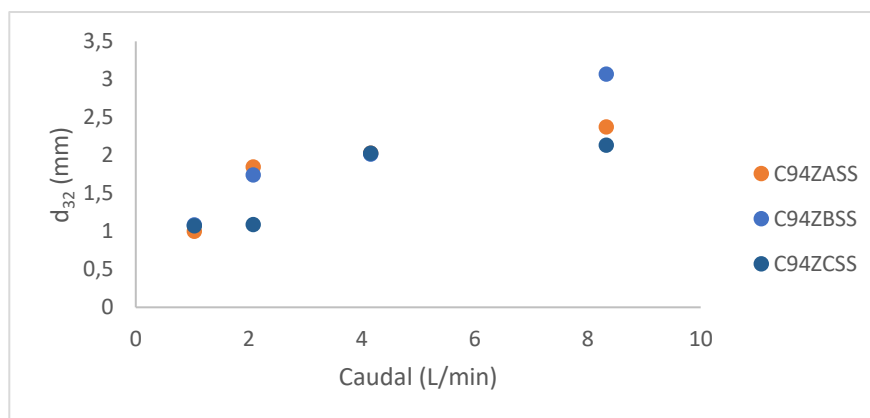


Figura 23- d_{32} em função do caudal nas diferentes zonas da coluna de 94 mm após a adição de sulfato de sódio.

3.4. Adição de Triton X-100

Nesta secção, apresentam-se os resultados obtidos com soluções aquosas de surfactante, com a concentração de 0,001 M, na Zona A da coluna de 94 mm.

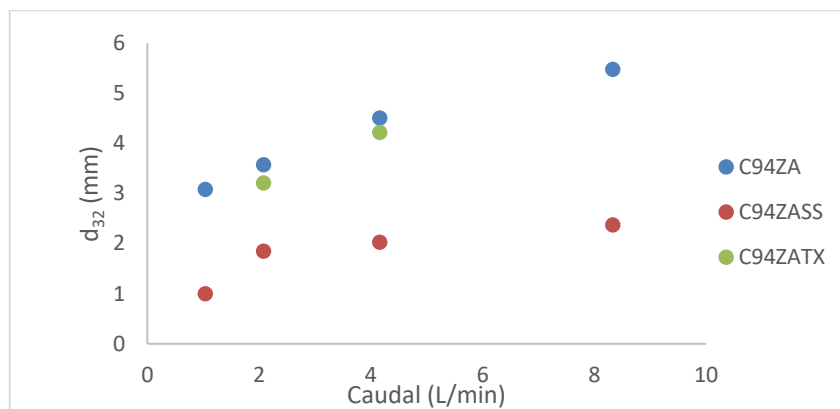


Figura 24—Resultados do d_{32} (marcados a verde) após adição de Triton X-100, em comparação com os resultados da coluna com água (marcados a azul) e os resultados após a adição de sulfato de Sódio (marcados a vermelho).

O gráfico da Figura 24 demonstra que a adição do Triton X-100, para os caudais estudados (2,08 e 4,16 L/min), reduz o d_{32} mas não tão significativamente em comparação com os resultados obtidos com a presença do sulfato de sódio. Os resultados não foram os esperados, visto que na presença do agente de superfície, a tensão superficial será menor, e o diâmetro das bolhas deveria ser superior aos diâmetros obtidos com água.

3.5. Diâmetro médios das bolhas na coluna de diâmetro 64 mm

Para efeitos de averiguação do efeito do diâmetro da coluna sobre o diâmetro médio das bolhas, procedeu-se a ensaios com água e caudal $2,04 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, na coluna de menor diâmetro (64 mm).

A Figura 25 apresenta os dados obtidos nas Zonas A e A0 da coluna de menor diâmetro, onde também se indicam os resultados obtidos na coluna de maior diâmetro.

Observa-se que o diâmetro na Zona A0 é ligeiramente superior ao obtido na Zona A da mesma coluna, que poderá dever-se à incerteza experimental. Ambos os diâmetros obtidos com o caudal de $2,04 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ são, por sua vez, próximos do diâmetro médio obtido com a coluna de maior diâmetro, o que parece indicar que o diâmetro da coluna não afeta o diâmetro médio das bolhas.

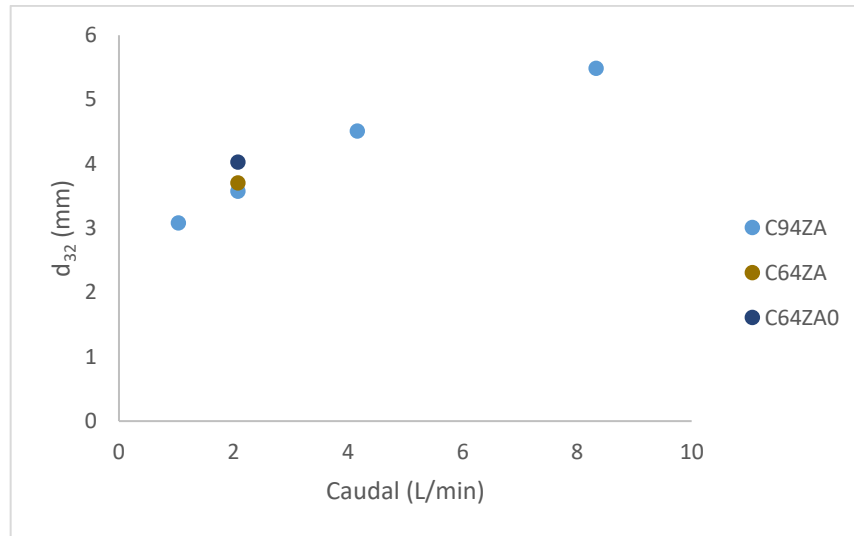


Figura 25- Resultados do d_{32} obtidos na coluna de 64 mm nas duas zonas representadas em comparação com d_{32} obtido na coluna de 94 mm e zona A

3.6. Efeito do tipo de dispersor

Na Figura 26 representa-se os valores obtidos para o dispersor de placa perfurada (C94DA), observando-se que o valor de d_{32} são muito maiores em comparação com os dados obtidos com o dispersor poroso (C94ZA). Por outro lado, ao se utilizar o dispersor improvisado (C94DI), obteve-se um d_{32} menor para o caudal de 2,08 L/min, em comparação com o obtido para o mesmo caudal na mesma zona com o dispersor poroso.

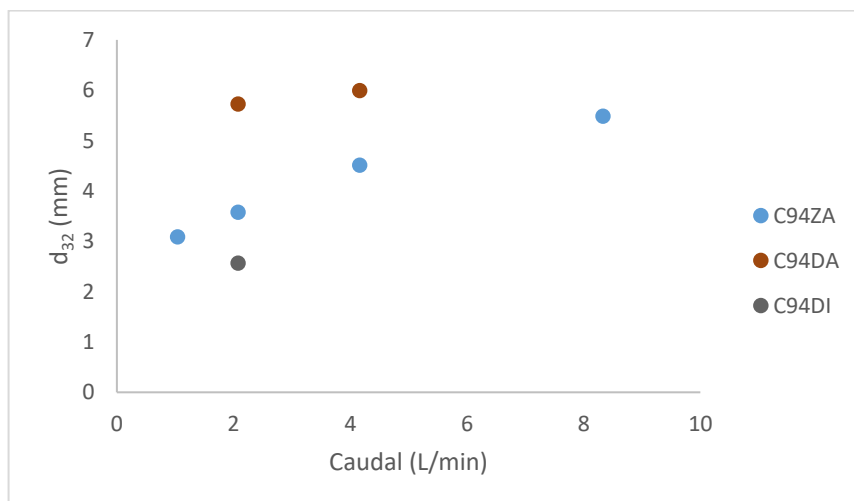


Figura 26- Resultados do d_{32} obtidos para os diferentes dispersores na coluna 94 mm na zona A.

3.7. Holdup medidos

O *holdup* da fase gasosa, observado para a coluna de 94 mm, com água e com soluções de sulfato de sódio e de Triton X-100, está representado na Figura 27. Observa-se que o *holdup* aumenta diretamente com o aumento do caudal de arejamento. O *holdup* verificado com soluções de sulfato de sódio ou com Triton X-100 não diferem significativamente, em comparação com a água, com exceção para o caudal superior.

O *holdup* dos ensaios com soluções de sulfato de sódio tende a ser ligeiramente superior ao obtido com água. No caso das soluções de Triton X-100, não se observou uma variação significativa, em comparação com os resultados obtidos apenas com água, mas são tendencialmente inferiores.

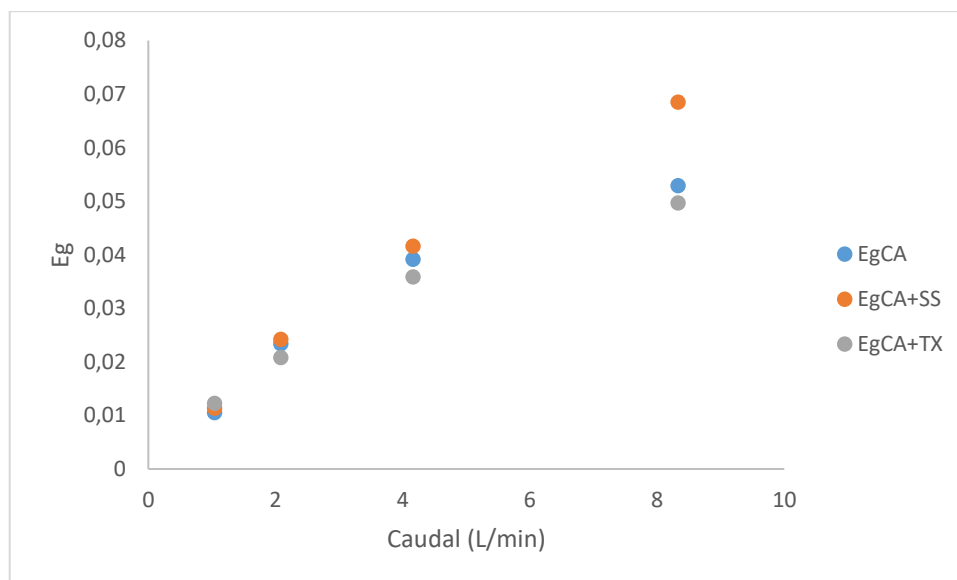


Figura 27- Comparação do holdup (E_g) obtidos com água (azul), com soluções de sulfato de sódio (laranja) e com soluções de Tripton X-100 (cinza).

3.8. Resultados dos Cálculos da Área Interfacial

A área interfacial foi determinada através da equação 3, a partir dos resultados do diâmetro médio de Sauter e do *holdup* da fase gasosa.

Na figura 28 apresentam-se os resultados obtidos para a coluna de 94 mm, em função do caudal de arejamento, e para diferentes Zonas da coluna (alturas) para o caudal de 2,04 L/min, com água. Observa-se que a área interfacial aumenta com o caudal de arejamento, mas não parece ser afetada pela Zona em que se determina na coluna.

A figura 29 apresenta as mesmas observações de área interfacial, mas para soluções de sulfato de sódio. A área interfacial das soluções de sulfato de sódio é sempre superior às obtidas com água. O efeito da Zona de observação não é muito clara, tendo-se obtido uma dispersão significativa.

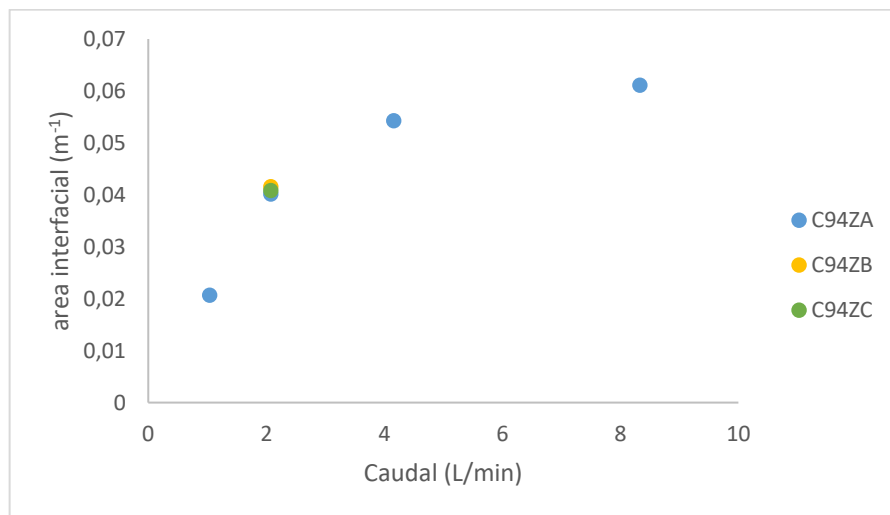


Figura 28 – Comparação da área Interfacial obtida nas diferentes zonas da Coluna 94 mm

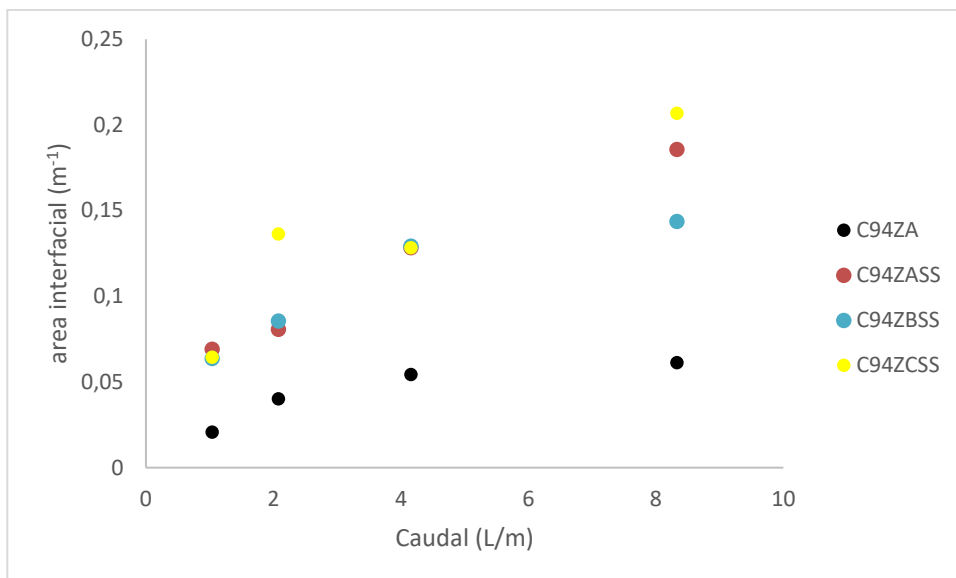


Figura 29 – Comparação da área Interfacial obtida nas diferentes zonas da Coluna 94 mm após a adição do sulfato de sódio

Na figura 30 apresenta-se os resultados obtidos com soluções de Triton X-100, e a par dos obtidos com água e com as soluções de sulfato de sódio. Observa-se que a presença do Triton X-100 não afeta a área interfacial de forma significativa.

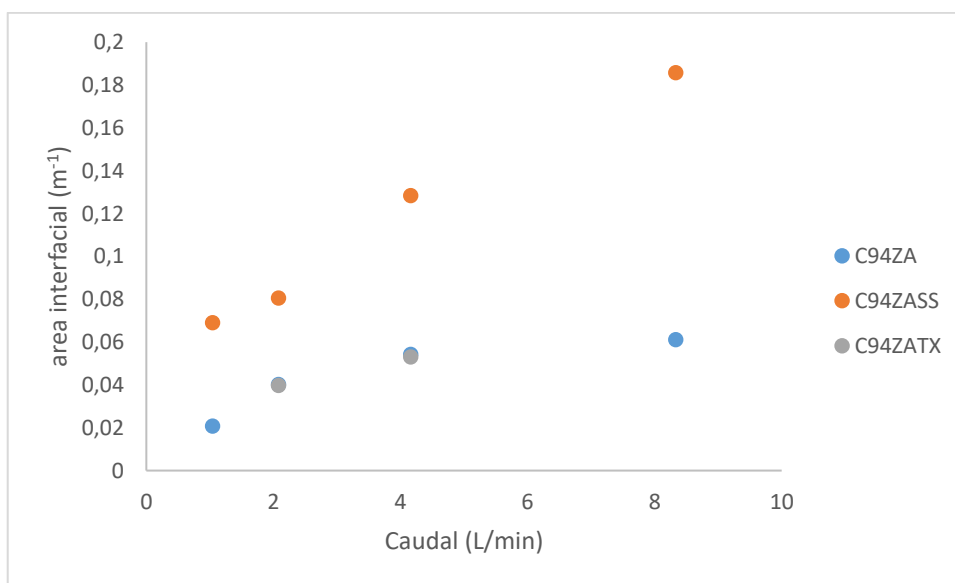


Figura 30 – Comparação da área Interfacial obtida na zona A da Coluna 94 mm de fase líquida simples após a adição do sulfato de sódio ou Triton X-100

A figura 31 contém as observações de área interfacial para os diferentes dispersores utilizados. Apesar da dispersão observada, pode-se concluir que o tipo de dispersor tem um efeito relevante na área interfacial.

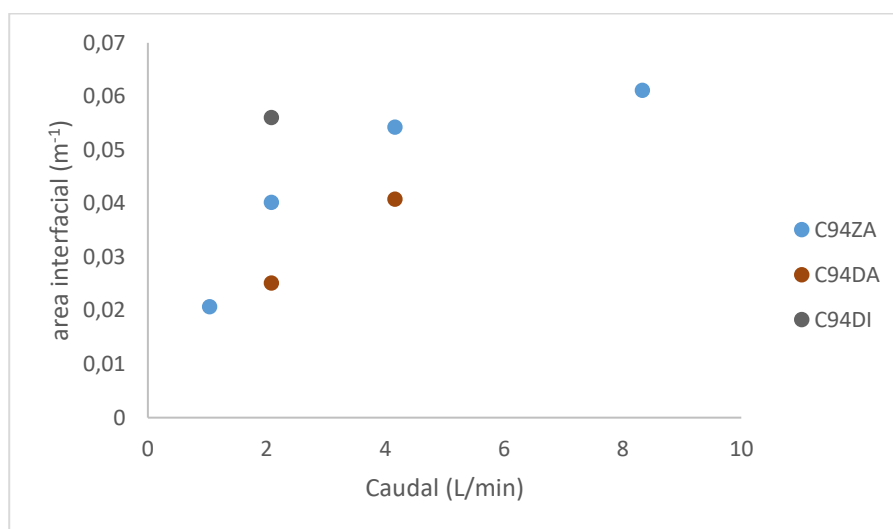


Figura 31 —Comparação da área Interfacial obtida para os diferentes dispersores

A área interfacial também não é, aparentemente, afetada pelo diâmetro da coluna, conforme se verifica na figura 32. O trabalho futuro deverá consistir na verificação desta observação, através de ensaios para diferentes caudais de arejamento.

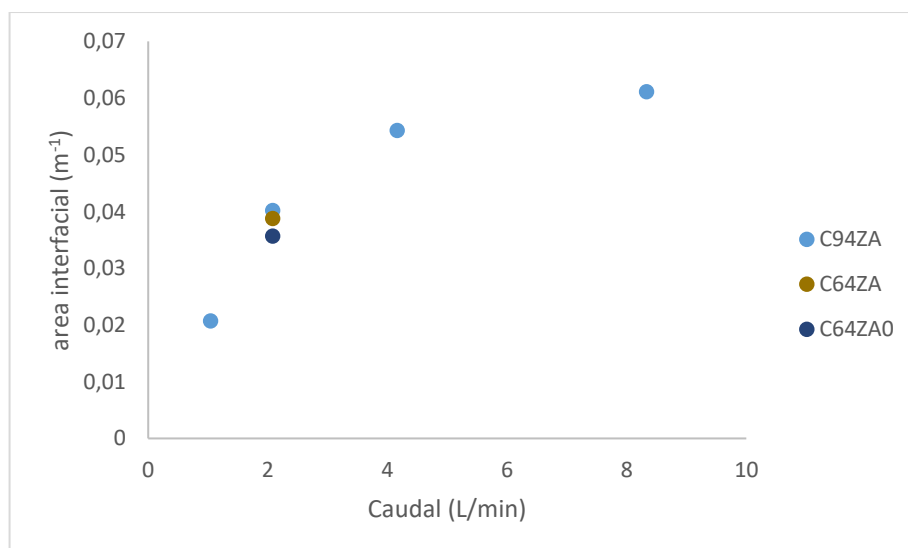


Figura 32 –Comparação da área Interfacial obtida para coluna de 64mm na zona A e A0

4. Conclusão

O estágio realizado permitiu adquirir conhecimentos sobre construção e operação de reatores de coluna de bolhas.

O estudo foi efetuado em duas colunas de diferentes diâmetros, tendo-se realizado ensaios com diferentes caudais de arejamento, com água e com soluções de um sal (sulfato de sódio) e de um agente de superfície, aniónico (Triton X-100). Determinou-se o diâmetro médio das bolhas (Sauter), o *holdup* da fase gasosa, e por cálculo, a área interfacial, nas diferentes condições referidas, e também a diferentes alturas das colunas.

Observou-se que o diâmetro médio de Sauter pode ser determinado com a medição de cerca de 400 bolhas, tendo-se usado cerca de 600 para aumentar a confiança nos resultados.

Tanto o diâmetro médio das bolhas, como o *holdup*, e também a área interfacial, são significativamente afetados pelo caudal de arejamento, e pela presença do sal. Por outro lado, e contra o esperado, a adição do surfactante não afetou os resultados de forma significativa. Este resultado fica por explicar, pois não se procedeu à determinação da tensão superficial. Poderá suspeitar-se de contaminação do reagente utilizado (Triton X-100).

Apesar de a conclusão ter um alcance limitado por se terem feito poucos ensaios deste tipo, a altura a que se determina o diâmetro médio das bolhas não afeta os resultados de forma significativa, bem como o diâmetro das colunas.

O tipo de dispersor, por outro lado, afeta os resultados de forma muito significativa, o que sugere, para trabalho futuro, proceder-se a mais ensaios com diferentes dispersores.

Sugere-se, ainda, para trabalho futuro, a repetição dos ensaios com o surfactante, e a determinação da tensão superficial, a realização de ensaios em meio reativo, com ou sem presença de partículas, e a tentativa de *scale-up* dos resultados.

5. Referências Bibliográficas

- [1] W.-D. Deckwer, *Bubble Column Reactors*, New York: Wiley, 1992.
- [2] E. S. Hamborg, S. R. A. Kersten e G. F. Versteeg, "Absorption and desorption mass transfer rates in non-reactive systems," vol. 161, pp. 191-195, 1 julho 2010.
- [3] J. Benítez, *Principles and Modern Applications of Mass Transfer Operations*, 2ª ed., John Wiley & Sons, Inc., 2009.
- [4] P. Wankat, *Separation Process Engineering*, 3ª ed., Prentice Hall, 2012.
- [5] R. P. Fishwick, J. M. Winterbottom e E. H. Stitt, "Explaining mass transfer observations in multiphase stirred reactors: particle-liquid slip velocity measurements using PEPT," *Catal. Today*, Vols. %1 de %279-80, pp. 195-202, 30 abril 2003.
- [6] M. Rahman, T. Heidrick e B. Fleck, "A Critical Review of Advanced Experimental Techniques to Measure Two-Phase Gas/Liquid Flow," *The Open Fuels & Energy Science Journal*, pp. 54-70, 2009.
- [7] D. Gómez-Díaz, N. Gomes, J. Teixeira e I. Belo, "Gas-liquid interfacial area in the oxygen absorption to oil-in-water emulsions in an airlift reactor," *Can. J. Chem. Eng.*, vol. 88, pp. 561-564, 2010.
- [8] H. A. Jakobsen, *Chemical Reactor Modeling - Multiphase Reactive Flows*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2008.
- [9] A. Kulkarni e J. Joshi, "Design and selection of sparger for bubble column reactor. Part I: performance of different spargers," *Chem. Eng. Res. Des.*, vol. 89, pp. 1972-1985, outubro 2011.
- [10] N. Kantarci, F. Borak e K. O. Ulgen, "Bubble column reactors," *Process Biochem.*, pp. 2263-2283, 2005.
- [11] R. G. Griskey, *Transport Phenomena and Unit Operations*, Wiley Interscience, 2002.
- [12] S. Furusaki, J. Garside e L. Fan, *The Expanding World of Chemical Engineering*, 2ª ed., New York: Taylor and Francis, 2002.
- [13] E. Camarasa, C. Vial, S. Poncin, G. Wild, N. Midoux e J. Bouillard, "Influence of coalescence behaviour of the liquid and of gas sparging on hydrodynamics and bubble characteristics in a bubble column," *Chem. Eng. Process. Process Intensif.*, vol. 38, pp. 329-344, 1999.
- [14] J. M. Luna, R. D. Rufino, L. A. Sarubo e G. M. Campos-Takaki, "Characterisation, surface properties and biological activity of a biosurfactant produced from industrial waste by *Candida sphaerica* UCP0995 for application in the petroleum industry," *Colloids Surf. B*, vol. 102, pp. 202-209, 2012.
- [15] M. Ramezani, M. J. Legg, A. Haghighat, Z. Li, R. D. Vigil e M. G. Olsen, "Experimental investigation of the effect of ethyl alcohol surfactant on oxygen mass transfer and bubble size distribution in an air-water multiphase Taylor-Couette vortex bioreactor," *Chem. Eng. J.*, vol. 319, pp. 288-296, 1 julho 2017.
- [16] M. C. Ruzicka, M. M. Vecer, S. Orvalho e D. J., "Effect of surfactant on homogeneous regime stability in bubble column," *Chem. Eng. Sci.*, vol. 63, pp. 951-967, fevereiro 2008.
- [17] MP Biomedicals, "Products: TRITON® X-100," 2018. [Online]. Available: <https://www.mpbio.com/product.php?pid=02194854&country=223>. [Acedido em 6 novembro 2018].

- [18] A. Vazquez, R. M. Sanchez, E. Salinas-Rodríguez, A. Soria e R. Manasseh, "A look at three measurement techniques for bubble size determination," *Exp. Therm. Fluid Sci.*, vol. 30, pp. 49-57, outubro 2005.
- [19] Y. Zhang e H. Sun, "Measurement of bubble size distribution in liquids by optical and acoustical methods," em *2012 International Conference on Communication Systems and Network Technologies*, Rajkot, India, 2012.
- [20] J. Wu, "Fast-moving suspended particles: measurements of their size and velocity," *Appl. Opt.*, vol. 16, pp. 596-600, 1977.
- [21] M. Su, D. Todoroff e J. Cartmill, "Laboratory Comparisons of Acoustic and Optical Sensors for Microbubble Measurement," *J. Atmos. and Oceanic Tech.*, vol. 11, pp. 170-181, 1994.
- [22] T. O'Hearn, L. d'Agostino e A. Acosta, "Comparison of holographic and Coulter counter measurements of cavitation nuclei in the ocean," *J. Fluids Eng.*, vol. 110, pp. 200-207, 1988.
- [23] AZO Materials, "A Comparison between SPOS and Laser Diffraction," 13 julho 2016. [Online]. Available: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=12997>. [Acedido em 7 novembro 2018].
- [24] D. Lumanauw, "Hydrogen Bubble Characterization in Alkaline Water Electrolysis," Toronto, 2000.
- [25] S. Majumder, G. Kundu e D. Mukherjee, "Bubble size distribution and gas-liquid interfacial area in a modified downflow bubble column," *Chem. Eng. J.*, vol. 122, pp. 1-10, 2006.
- [26] M. Laakkonen, M. Honkanen, P. Saarenrinne e J. Aittamaa, "Local bubble size distributions, gas-liquid interfacial areas and gas holdups in a stirred vessel with particle image velocimetry," *Chem. Eng. J.*, vol. 109, pp. 37-47, maio 2005.
- [27] W. Kracht e J. Finch, "Using sound to study bubble coalescence," *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 332, pp. 237-245, 2009.
- [28] K. Baik, T. Leighton e J. Jiang, "Investigation of a method for real time quantification of gas bubbles in pipelines," *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 136, p. 502-513, 2014.
- [29] X. Chen, M. Hussein e T. Becker, "Determination of bubble size distribution in gas-liquid two-phase systems via an ultrasound-based method," *Eng. Life Sci.*, vol. 17, p. 653-663, 2017.
- [30] Anidrol, "Sulfato de Sódio Anidro Cristais," 2013.
- [31] H. D. David, *Transferência de oxigênio em dispersões aquoso-orgânico*, 2013.

